

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **63172941 A**

(43) Date of publication of application: **16.07.88**

(51) Int. Cl

**G01N 13/00**  
**H01L 21/66**

(21) Application number: **62003945**

(22) Date of filing: **13.01.87**

(71) Applicant: **TOSHIBA CORP**

(72) Inventor:  
**YOSHIDA HIROAKI**  
**KATSUMATA TORU**  
**FUKUDA KATSUYOSHI**  
**TERAJIMA KAZUTAKA**

(54) **METHOD FOR MEASURING DIFFUSION  
CONSTANT OF COMPOUND AND ALLOY IN  
MOLTEN STATE**

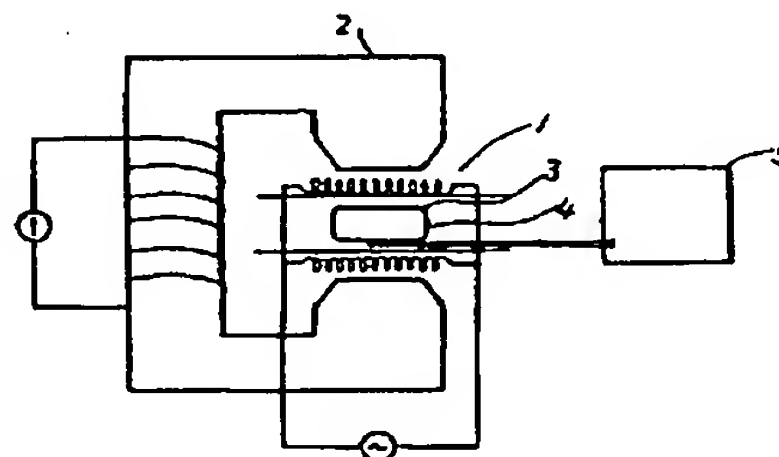
(57) Abstract:

**PURPOSE:** To determine the more precise diffusion speed and to obtain a uniform material having high quality by alternately joining two kinds of small piece samples to each other and subjecting the samples to heating, melting and resolidifying in a convectionless state in a magnetic field.

**CONSTITUTION:** The sample of testing diffusion is constituted by alternately jointing two kinds of the small pieces sample, CaSb layers 6 and InSb layers 7 and sandwiching both ends with silicon plates 8 in order to obtain a uniform liquid boundary. The sample prepd. by laminating plural sheets of such samples are disposed in an electric oven 1 and the magnetic field is impressed thereto by an electromagnet 2. The samples are then subjected to heating, melting and resolidifying in the pseudo gravityfree state of decreased convection while a temp. gradient is held applied in the joining direction of the raw materials. The exact diffusion speed is measured by measuring the element distribution in the joining direction by mass spectrometry, etc. The determination of the diffusion speed in the liquid which

is heretofore impossible is thereby permitted and, therefore the uniform material having the high quality is obtd.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio



## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-172941

⑤Int.Cl.<sup>4</sup>  
G 01 N 13/00  
H 01 L 21/66

識別記号

庁内整理番号

7246-2G  
7168-5F

④公開 昭和63年(1988)7月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑬発明の名称 化合物及び合金の溶融状態での拡散定数測定法

⑮特 願 昭62-3945

⑯出 願 昭62(1987)1月13日

⑰発明者 吉田 博 昭 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究所内  
⑰発明者 勝 亦 徹 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究所内  
⑰発明者 福田 勝 義 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究所内  
⑰発明者 寺 嶋 一 高 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究所内  
⑰出願人 株式会社東芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地  
⑰代理人 弁理士 則近 憲佑 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

化合物及び合金の溶融状態での拡散定数測定法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 複数の化合物もしくは複数の合金を重ね合せて試料とし、磁場を印加し対流のない状態をつくり、所定の温度分布をもって加熱、溶融、再固化させ、その元素分析を行い、元素の溶融液中の拡散速度を求めることを特徴とする化合物及び合金の溶融状態での拡散定数測定法。

(2) 上記試料は所定の元素分布をもつ2種類の化合物もしくは合金を交互に複数個接合したものである特許請求の範囲第1項記載の化合物及び合金の溶融状態での拡散定数測定法。

(3) 上記磁場の磁場強度は3000ガウス以上である特許請求の範囲第1項記載の化合物及び合金の溶融状態での拡散定数測定法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、ある種の化合物及び合金等は地上の通常は相分離もしくは偏析によって、製造が困難でありその商品質及び高均一化をはかるため原料設計に欠かせない、溶融液中の拡散係数測定方法に関する。

## 〔従来の技術〕

ある種の化合物や合金等を製造するとき、重力による偏析や界面での不安定性が大きな問題となっている。そのため通常の加熱、溶融、再固化の工程で固化方向にわたって均一な化合物もしくは合金を得ることが困難であった。

不純物の偏析を支配する偏析係数は不純物の融液中での拡散定数の関数となっている。このため高品質で均一な化合物もしくは合金を製作するため、液体中の拡散速度の測定ということが非常に重要となってくる。しかし通常の融液でははげしい対流の影響により拡散定数の正確な測定は不可能であった。

〔発明が解決しようとする問題点〕

前項で記述したことに鑑み、高品質で均一な化合物もしくは合金を得るためには原料融液対流の影響は非常に大きな問題となる。そのため、いまだに正確な拡散速度測定は行なわれていない。

#### 〔発明の構成〕

##### (問題点を解決するための手段)

この発明は、前記の点に鑑みられたものであり、均一な液体界面を得るため2種類の小片試料を交互に多数接合したものを原料とする。この原料を磁場印加で対流を少なくした疑似無重力状態で加熱溶融再固化して、質量分析器等で接合方向での元素分布を測定する。また接合方向に対して温度勾配をつけることにより、拡散速度の温度依存性又は化合物もしくは合金の組成に同一元素がある場合には異なった同位体を分離して使うことによる各々の拡散定数の測定方法をあたえるものである。

##### (作用)

本発明の骨子は、磁場を印加してローレンツ力によって対流のない状態で融液中の拡散速度を

の温度に加熱しその対流を調べる代りに電磁石の励磁電流を変えて磁場温度を変え、温度ゆらぎを温度計5で調べてみた結果、第2図に示すようになり、3000ガウス以上では温度ゆらぎがなくなり対流が抑制されていて、無対流状態が作り出せることが分かった。拡散実験用の試料は例えば第3図に示すようにCaSb層6、InSb層7それぞれを200 $\mu$ mの厚さに研磨し上下から300 $\mu$ mの厚さの保護用のシリコン板8ではさんだ5×50mmの大きさのサンドイッチ構造となっている。Sbの出所がInSbの方なのかGaSbの方からなのかを区別するために同位体を用い、例えばInSb側のSbには $^{123}\text{Sb}$ 、GaSb側のSbには $^{125}\text{Sb}$ をそれぞれ用いた。InSbとGaSbをそれぞれ1, 2, 3枚交互にはり合せた複数のサンドイッチ構成の試料を該電気炉中に配設し、上記磁場を3400ガウス印加しGaSbの融点以上に加熱してInSbとGaSbとを消融させた。保護用のSi板は消融させずに、ほとんど自由表面をなくし、表面張力による対流の影響を少なくするためのものである。1分後に冷却させて試料を該電気炉より

正確に求めるため、2種類の小片試料を交互に多数接合して、両方の試料が融解する温度下で、原料の接合方向に温度勾配をつけることを特徴とする。

##### (実施例)

以下本発明の実施例について図面を参照しながら説明する。

試料として例えばGaSbとInSbの2元化合物を用い、電気炉中で加熱溶融固化した例について説明する。磁場を印加し、対流を抑圧した状態を形成し原料の加熱、溶融、固化を終了させる実験を行った。

第1図はこの実施例で用いた電気炉の構成図を示す。電気炉には例えばここでは急熱急冷ができるフラッシュランプ加熱炉1を用いた。その周囲には電磁石2が配設してあり磁場が印加できるようになっている。まず最初に、対流をなくすためローレンツ力による磁場の強さがどれ位必要なのかを調べた。該電気炉中に100gのGaSb原料3を入れた石英るつぼ4を設置し、750℃の融点以上

取り出し切断して観察した結果GaSbとInSbとが明らかに溶融していることが認められ、さらに相互拡散していることも分かった。相互拡散は $\sim 1\mu$ mの幅で生じていた。

以上の説明では薄いサンドイッチ構造で説明したが、さらに重ね合せる場合、側面の自由表面の割合が増し表面張力の影響が大きくなるため、全体の形状を円筒状にし石英等の保護管内に配設して側面の自由表面をなくし、より精密な拡散定数や温度係数等を求めることができる。

##### 〔発明の効果〕

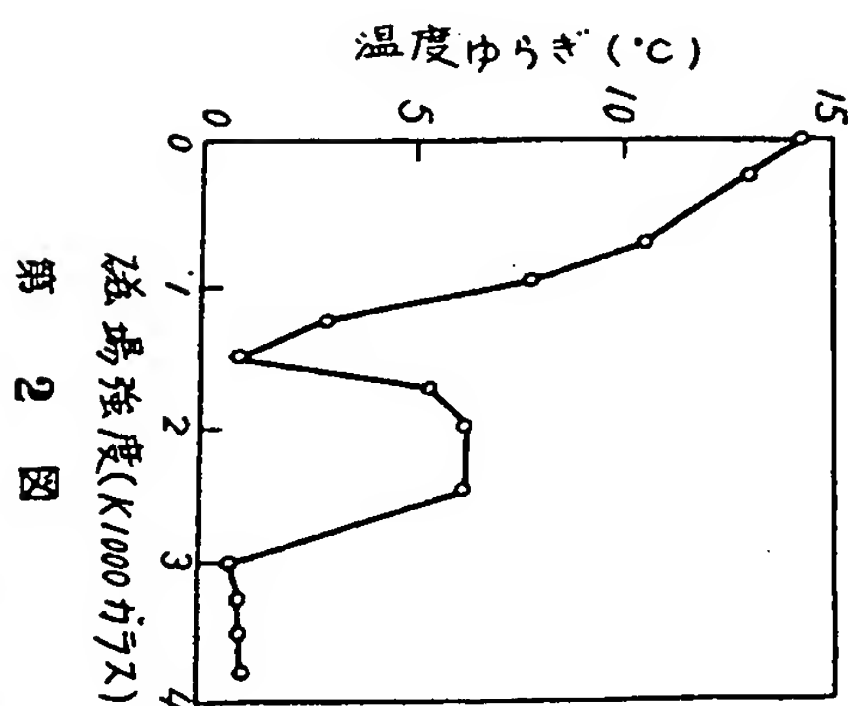
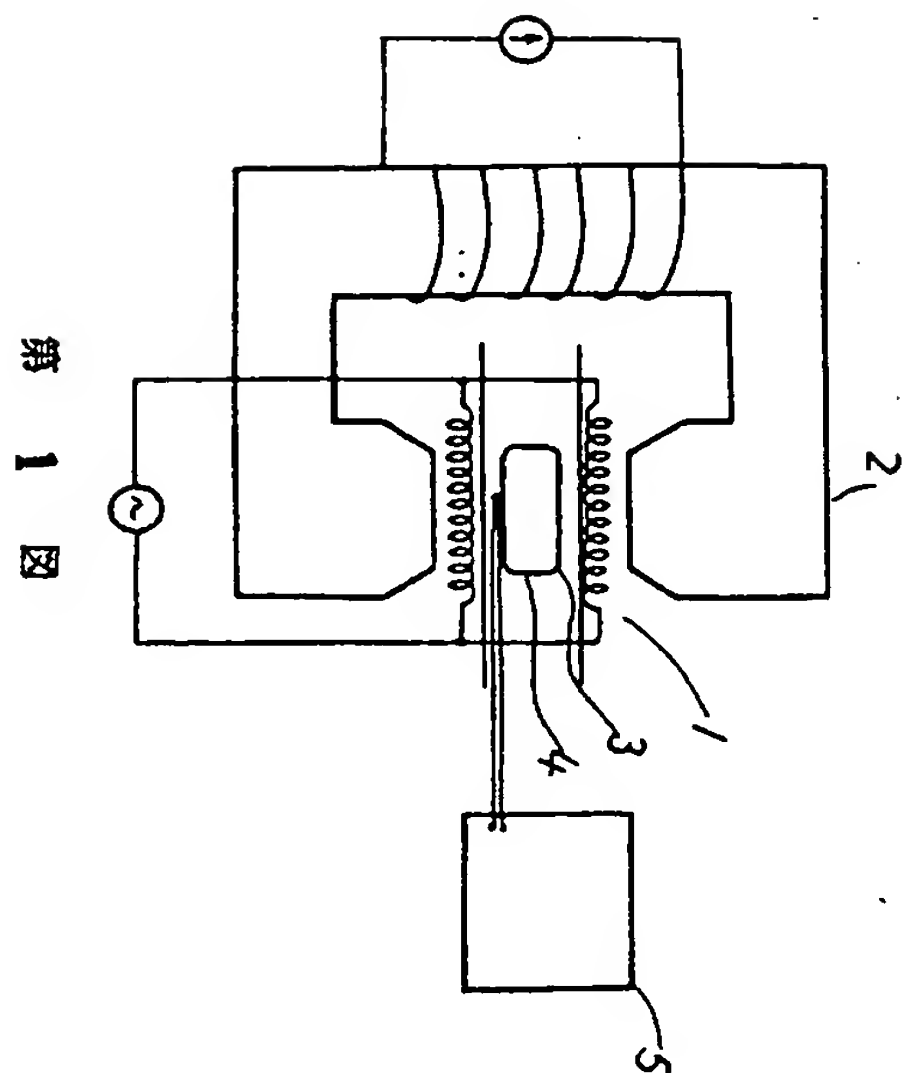
本発明は以上説明したように、2種類の小片試料を交互に多数接合し、磁場中の無対流状態で試料の加熱溶解、再固化を行うことにより、より正確な拡散速度が測定できる。これにより従来不可能であった液体中の拡散速度の決定ができ高品質で均一な材料を得ることができる。また材料や融液の拡散現象の理解への重要な測定法となりその工業的、材料学的にその意味は大きい。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例で使した電気炉の概  
要を示す図、第2図は融液対流と磁場強度を示す  
図、第3図は本発明で用いた接合型試料を示す図  
である。

- |            |           |
|------------|-----------|
| 1…フラッシュランプ | 2…電磁石     |
| 3…GaSb     | 4…石英るつぼ   |
| 5…温度計      | 6…GaSbウェハ |
| 7…InSbウェハ  | 8…Siウェハ   |

代理人 井理士 則 近 憲 佑  
同 竹 花 喜 久 男



第3図

